

527,528

Pat'd T/FTO 11 MAR 2005

(12)特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局(43) 国際公開日  
2004 年 4 月 1 日 (01.04.2004)

PCT

(10) 国際公開番号  
WO 2004/026998 A1(51) 国際特許分類<sup>7</sup>: C10M 169/04 // (C10M 169/04,  
105:04, 143:00), C10N 20:00, 20:02, 20:04, 30:02, 40:04

(21) 国際出願番号: PCT/JP2003/011897

(22) 国際出願日: 2003 年 9 月 18 日 (18.09.2003)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:  
特願2002-271742 2002 年 9 月 18 日 (18.09.2002) JP(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 出光興  
産株式会社 (IDEMITSU KOSAN CO., LTD.) [JP/JP];  
〒100-8321 東京都千代田区丸の内三丁目1番1号  
Tokyo (JP).

(72) 発明者; および

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 坪内 俊之  
(TSUBOUCHI, Toshiyuki) [JP/JP]; 〒299-0205 千葉県 袖ヶ浦市 上泉 1 2 8 0 番地 Chiba (JP). 吉田 幸  
生 (YOSHIDA, Yukio) [JP/JP]; 〒299-0205 千葉県 袖  
ヶ浦市 上泉 1 2 8 0 番地 Chiba (JP). 古賀 英俊  
(KOGA, Hidetoshi) [JP/JP]; 〒299-0107 千葉県 市原市  
姉崎海岸24番地4 Chiba (JP).(74) 代理人: 大谷 保, 外(OHTANI, Tamotsu et al.); 〒  
105-0001 東京都港区虎ノ門三丁目25番2号ブ  
リヂストン虎ノ門ビル6階 大谷特許事務所 Tokyo  
(JP).

(81) 指定国 (国内): CA, JP, KR, US.

(84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, BG, CH, CY,  
CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC,  
NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR).添付公開書類:  
— 国際調査報告書2文字コード及び他の略語については、定期発行される  
各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語  
のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: TRACTION DRIVE FLUID COMPOSITIONS

(54) 発明の名称: トラクションドライブ用流体組成物

(57) Abstract: Traction drive fluid compositions, obtained by mixing (A) a base oil for traction drives having a quaternary carbon atom and/or an alicyclic structure in the molecule with (B) at least one polymer which is selected from among the following polymers (1) to (3) and has a weight-average molecular weight of 8,000 to 40,000: (1) hydrocarbon polymers which each contain as a constituent at least 10 mole% of a monomer having a cyclic structure, (2) hydrocarbon polymers which each contain at least 25 % of quaternary carbon atoms in the backbone chain, and (3) products of hydrogenation of the polymers (1) and (2). The traction drive fluid compositions are improved in viscosity index without lowering the traction coefficient to a level lower than that of the base oil and are excellent in shear stability.

(57) 要約: (A) 分子中に第4級炭素及び/又は脂環構造を有するトラクションドライブ用基油に、(B) 重量平均分子量が8,000~40,000の範囲にある、下記の①~③のうち少なくとも一種のポリマーを混合してなるトラクションドライブ用流体組成物である。①、構成成分として環構造を有するモノマーを10モル%以上含有する炭化水素ポリマー②、主鎖に第4級炭素を25%以上含有する炭化水素ポリマー③、①②の炭化水素ポリマーの水素化物 本発明によれば、トラクション係数が基油より低下しないで、粘度指数が改良され、かつ、せん断安定性にも優れたトラクションドライブ用流体組成物を提供することができる。

WO 2004/026998 A1

## 明細書

### トラクションドライブ用流体組成物

#### 技術分野

本発明は、トラクションドライブ用流体組成物に関し、より詳しくは、トラクション係数が基油より低下しないで、粘度指数が改良され、かつ、せん断安定性に優れたトラクションドライブ用流体組成物に関する。

#### 背景技術

自動車用トラクション式C V T（無段変速機）はトルク伝達容量が大きく、また使用条件も過酷なため、使用するトラクションオイルのトラクション係数は、使用温度範囲での最低値、すなわち高温（140℃）でのトラクション係数がC V Tの設計値より十分に高いことが動力伝達面で必須である。

またトラクションオイルは、C V T内で通常の潤滑油としての役割も担っているため、摩擦摩耗防止のために高温でも十分な油膜を保持できるだけの高い粘度を有すること、一方では、北米・北欧等の寒冷地での低温始動性のために低温でも低い粘度を有することが要求される。すなわち、粘度の温度変化が小さい粘度指数の高いことが必要である。

このような背景を踏まえ、本発明者らは、従来にない、高温トラクション係数が高く、粘度指数も高い高性能トラクションオイルの基油を開発した（特開2000-17280号公報参照）が、実用的にはさらに粘度指数向上剤を添加する必要があった。しかし、従来から知られている粘度指数向上剤は、少量添加しても高温トラクション係数を大幅に低

下させるため、基油のトラクション係数を低下させずに粘度係数を改良可能な、トラクションオイルに適した粘度指数向上剤の開発が望まれていた。

芳香族環を有する熱可塑性樹脂の水素化物をベースオイルに配合してなる、粘度指数とトラクション係数の高められたトラクションオイル組成物が開示されている（特開昭61-19698号公報参照）。しかし、分子量が低いため揮発性が高く、実用上不適当なビスクロヘキシルを基油としているので、実用上優れているか判断ができない。

また、トラクションオイル用粘度指数向上剤として、脂環構造を有するポリメタクリレートが開示されているが（例えば、特開昭61-19697号公報、特公平6-62984号公報、特開2002-19371号公報参照）、せん断安定性が不十分であるため、使用条件が過酷なトラクションオイルには使用困難である場合がある。

### 発明の開示

本発明は、上記観点からなされたもので、トラクション係数が基油より低下しないで、粘度指数が改良され、かつ、せん断安定性にも優れたトラクションドライブ用流体組成物提供することを目的とするものである。

本発明者らは鋭意研究を重ねた結果、重量平均分子量が8,000～40,000の範囲にある特定のポリマーがトラクションオイル用粘度指数向上剤として優れた性能を有することを見出し本発明を完成するに到った。

すなわち、本発明の要旨は下記の通りである。

1. (A) 分子中に第4級炭素及び／又は脂環構造を有するトラクショ

ンドライブ用基油に、(B) 重量平均分子量が 8,000～40,000 の範囲にある、下記の①～③のうち少なくとも一種のポリマーを混合してなるトラクションドライブ用流体組成物。

①、構成成分として環構造を有するモノマーを 10 モル%以上含有する炭化水素ポリマー

②、主鎖に第 4 級炭素を 25%以上含有する炭化水素ポリマー

③、①②の炭化水素ポリマーの水素化物

2. (B) 成分のポリマーの重量平均分子量が 9,000～38,000 の範囲にある前記 1 記載のトラクションドライブ用流体組成物。

3. (A) 成分の基油が、140℃におけるトラクション係数が 0.070 以上、40℃における動粘度が 10～25 mm<sup>2</sup>/s、粘度指数が 60 以上、流動点が -40℃以下及び引火点が 100℃以上である前記 1 又は 2 に記載のトラクションドライブ用流体組成物。

4. (A) 成分の基油に、(B) 成分のポリマーを、組成物基準で 0.1～20 質量%混合してなる前記 1 記載のトラクションドライブ用流体組成物。

5. (A) 成分の基油に、(B) 成分のポリマーを、組成物基準で 0.5～5 質量%混合してなる前記 1 記載のトラクションドライブ用流体組成物。

#### 発明を実施するための最良の形態

以下に、本発明について詳細に説明する。

本発明の (A) 成分の第 4 級炭素及び／又は脂環構造を有するトラクションドライブ用基油は、ポリブテン、ポリイソブチレン、ジイソブチレンのオリゴマー等の第 4 級炭素を有するイソパラフィンや、シクロヘ

キサン環、ビスクロヘプタン環、ビスクロオクタン環等の脂環構造を有するナフテン化合物、などのトラクション係数が高く、通常トラクションドライブ用基油として用いられているものであればよく、140℃におけるトラクション係数が0.070以上、40℃における動粘度が10～25 mm<sup>2</sup>/s、粘度指数が60以上、流動点が-40℃以下及び引火点が100℃以上という条件を満足するものが好ましい。

なかでも、シクロヘキサン環、ビスクロ[2.2.1]ヘプタン環、ビスクロ[3.2.1]オクタン環、ビスクロ[2.2.2]オクタン環及びビスクロ[3.3.0]オクタン環から選ばれる環を少なくとも2個有するナフテン化合物が特に好ましい。

具体的には、ビスクロ[2.2.1]ヘプタン環化合物、ビスクロ[3.2.1]オクタン環化合物、ビスクロ[3.3.0]オクタン環化合物、ビスクロ[2.2.2]オクタン環化合物から選ばれる少なくとも一種の脂環化合物の二量体の水素化物、及び2,4-ジシクロヘキシル-2-メチルペンタン、2,4-ジシクロヘキシルペンタン、2,4-ジシクロヘキシル-2-メチルブタン、1-デカヒドロナフチル-1-シクロヘキシルエタンなどのシクロヘキサン環化合物から好ましく選択することができる。

上記脂環化合物の二量体の水素化物の好ましい製造方法としては、例えば、アルキル基が置換してもよい下記オレフィンを二量化、水素化、蒸留の順に処理を行えばよい。

上記の原料のメチル基、エチル基あるいはプロピル基等のアルキル基が置換してもよいオレフィンとしては、例えば、ビスクロ[2.2.1]ヘプト-2-エン；ビニル置換あるいはイソプロペニル置換ビスクロ[2.2.1]ヘプト-2-エン等のアルケニル置換ビスクロ[2.2.

1] ヘプトー２－エン；メチレン置換，エチリデン置換あるいはイソプロピリデン置換ビシクロ [2. 2. 1] ヘプトー２－エン等のアルキリデン置換ビシクロ [2. 2. 1] ヘプトー２－エン；ビニル置換あるいはイソプロペニル置換ビシクロ [2. 2. 1] ヘプタン等のアルケニル置換ビシクロ [2. 2. 1] ヘプタン；メチレン置換，エチリデン置換あるいはイソプロピリデン置換ビシクロ [2. 2. 1] ヘプタン等のアルキリデン置換ビシクロ [2. 2. 1] ヘプタン；ビシクロ [3. 2. 1] オクテン；ビニル置換あるいはイソプロペニル置換ビシクロ [3. 2. 1] オクテン等のアルケニル置換ビシクロ [3. 2. 1] オクテン；メチレン置換，エチリデン置換あるいはイソプロピリデン置換ビシクロ [3. 2. 1] オクテン等のアルキリデン置換ビシクロ [3. 2. 1] オクテン；ビニル置換あるいはイソプロペニル置換ビシクロ [3. 2. 1] オクタン等のアルケニル置換ビシクロ [3. 2. 1] オクタン；メチレン置換，エチリデン置換あるいはイソプロピリデン置換ビシクロ [3. 2. 1] オクタン等のアルキリデン置換ビシクロ [3. 2. 1] オクタン；ビシクロ [3. 3. 0] オクテン；ビニル置換あるいはイソプロペニル置換ビシクロ [3. 3. 0] オクテン等のアルケニル置換ビシクロ [3. 3. 0] オクテン；メチレン置換，エチリデン置換あるいはイソプロピリデン置換ビシクロ [3. 3. 0] オクテン等のアルキリデン置換ビシクロ [3. 3. 0] オクテン；ビニル置換あるいはイソプロペニル置換ビシクロ [3. 3. 0] オクタン等のアルケニル置換ビシクロ [3. 3. 0] オクタン；メチレン置換，エチリデン置換あるいはイソプロピリデン置換ビシクロ [3. 3. 0] オクタン等のアルキリデン置換ビシクロ [3. 3. 0] オクタン；ビシクロ [2. 2. 2] オクテン；ビニル置換あるいはイソプロペニル置換ビシクロ [2. 2. 2]

オクテン等のアルケニル置換ビスクロ〔2. 2. 2〕オクテン；メチレン置換，エチリデン置換あるいはイソプロピリデン置換ビスクロ〔2. 2. 2〕オクテン等のアルキリデン置換ビスクロ〔2. 2. 2〕オクテン；ビニル置換あるいはイソプロペニル置換ビスクロ〔2. 2. 2〕オクタン等のアルケニル置換ビスクロ〔2. 2. 2〕オクタン；メチレン置換，エチリデン置換あるいはイソプロピリデン置換ビスクロ〔2. 2. 2〕オクタン等のアルキリデン置換ビスクロ〔2. 2. 2〕オクタンなどを挙げることができる。

なかでも、ビスクロ〔2. 2. 1〕ヘプタン環化合物の二量体の水素化物が特に好ましく、対応する原料オレフィンとして、具体的には、例えば、ビスクロ〔2. 2. 1〕ヘプトー2-エン；2-メチレンビスクロ〔2. 2. 1〕ヘプタン；2-メチルビスクロ〔2. 2. 1〕ヘプトー2-エン；2-メチレン-3-メチルビスクロ〔2. 2. 1〕ヘプタン；3-メチレン-2-メチルビスクロ〔2. 2. 1〕ヘプタン；2, 3-ジメチルビスクロ〔2. 2. 1〕ヘプトー2-エン；2-メチレン-7-メチルビスクロ〔2. 2. 1〕ヘプタン；3-メチレン-7-メチルビスクロ〔2. 2. 1〕ヘプタン；2, 7-ジメチルビスクロ〔2. 2. 1〕ヘプトー2-エン；2-メチレン-5-メチルビスクロ〔2. 2. 1〕ヘプタン；3-メチレン-5-メチルビスクロ〔2. 2. 1〕ヘプタン；2, 5-ジメチルビスクロ〔2. 2. 1〕ヘプトー2-エン；2-メチレン-6-メチルビスクロ〔2. 2. 1〕ヘプタン；3-メチレン-6-メチルビスクロ〔2. 2. 1〕ヘプタン；2, 6-ジメチルビスクロ〔2. 2. 1〕ヘプトー2-エン；2-メチレン-1-メチルビスクロ〔2. 2. 1〕ヘプタン；3-メチレン-1-メチルビスクロ〔2. 2. 1〕ヘプタン；1, 2-ジメチルビスクロ〔2. 2. 1〕ヘ

プトー２－エン；２－メチレン－４－メチルビスクロ〔２．２．１〕ヘプタン；３－メチレン－４－メチルビスクロ〔２．２．１〕ヘプタン；２，４－ジメチルビスクロ〔２．２．１〕ヘプトー２－エン；２－メチレン－３，７－ジメチルビスクロ〔２．２．１〕ヘプタン；３－メチレン－２，７－ジメチルビスクロ〔２．２．１〕ヘプタン；２，３，７－トリメチルビスクロ〔２．２．１〕ヘプトー２－エン；２－メチレン－３，６－ジメチルビスクロ〔２．２．１〕ヘプタン；３－メチレン－２，６－ジメチルビスクロ〔２．２．１〕ヘプタン；２－メチレン－３，３－ジメチルビスクロ〔２．２．１〕ヘプタン；３－メチレン－２，２－ジメチルビスクロ〔２．２．１〕ヘプタン；２，３，６－トリメチルビスクロ〔２．２．１〕ヘプトー２－エン；２－メチレン－３－エチルビスクロ〔２．２．１〕ヘプタン；３－メチレン－２－エチルビスクロ〔２．２．１〕ヘプタン；２－メチル－３－エチルビスクロ〔２．２．１〕ヘプトー２－エンなどを挙げるができる。

なお、前記の二量化とは、同種のオレフィンの二量化のみならず、異種の複数のオレフィンの共二量化をも意味する。

上述のオレフィンの二量化は、通常触媒の存在下で必要に応じて溶媒を添加して行う。

この二量化に用いる触媒としては、通常、酸性触媒が使用される。具体的には、活性白土，ゼオライト，モンモリナイト，イオン交換樹脂等の固体酸、フッ化水素酸、ポリリン酸等の鉱酸類、トリフリック酸等の有機酸、塩化アルミニウム，塩化第二鉄，塩化第二スズ，三フッ化ホウ素，三フッ化ホウ素錯体，三臭化ホウ素，臭化アルミニウム，塩化ガリウム，臭化ガリウム等のルイス酸、トリエチルアルミニウム，塩化ジエチルアルミニウム，二塩化エチルアルミニウム等の有機アルミニウム化



合物などを挙げることができる。

これらの触媒の使用量は、特に制限されないが、通常は原料オレフィンに対して0.1～100質量%の範囲である。

この二量化にあたっては、溶媒は必ずしも必要としないが、反応時の原料オレフィンや触媒の取り扱い上あるいは反応の進行を調節する上で用いることもできる。このような溶媒としては、各種ペンタン、各種ヘキサン、各種オクタン、各種ノナン、各種デカン等の飽和炭化水素、シクロペンタン、シクロヘキサン、メチルシクロサン、デカリン等の脂環式炭化水素、ジエチルエーテル、テトラヒドロフラン等のエーテル化合物、塩化メチレン、ジクロルエタン等のハロゲン含有化合物、ニトロメタン、ニトロベンゼン等のニトロ化合物などを挙げることができる。

これら触媒等の存在下で二量化反応を行うが、その反応温度としては、一般に $-70 \sim 200^{\circ}\text{C}$ の範囲である。その温度範囲で触媒の種類や添加剤等により適当な条件が設定されるが、反応圧力は通常常圧であり、反応時間については、通常0.5～10時間である。

次に、このようにして得られた原料オレフィンの二量体を水素化し、目的とする二量体の水素化物とする。なお、水素化は別々に別の原料オレフィンを使用して二量化した二量体を適度に混合したものについて行ってもよい。

この水素化反応も、通常は触媒の存在下行うが、その触媒としては、ニッケル、ルテニウム、パラジウム、白金、ロジウム、イリジウム等の水素化用触媒を挙げることができる。この触媒の使用量は、通常上記二量化生成物に対して0.1～100質量%の範囲である。

また、この水素化反応は、前記二量化反応と同様に、無溶媒下でも進行するが、溶媒を用いることもでき、その場合、溶媒としては、各種ペ

ンタン、各種ヘキサン、各種オクタン、各種ノナン、各種デカン等の飽和炭化水素やシクロペンタン、シクロヘキサン、メチルシクロサン、デカリン等の脂環式炭化水素などを挙げることができる。

反応温度としては、通常 20～300℃、反応圧力については、常圧から 20 MPa の範囲で行うことができる。反応時間は、通常 1～10 時間である。なお、生成した水素化物は、別の工程で別の原料オレフィンから生成した水素化物と混合して、(A) 成分としての基油に供してもよい。

次いで、(A) 成分の基油に混合する (B) 成分の粘度指数向上剤は、重量平均分子量が 8,000～40,000 の範囲にある、下記の①～③のうち少なくとも一種のポリマーである。

- ①、構成成分として環構造を有するモノマーを 10 モル%以上含有する炭化水素ポリマー
- ②、主鎖に第 4 級炭素を 25 % 以上含有する炭化水素ポリマー
- ③、①②の炭化水素ポリマーの水素化物

(B) 成分のポリマーの重量平均分子量が 8,000 未満では、粘度指数向上効果が非常に小さく、40,000 を超えると、せん断安定性に劣るため使用時にポリマー鎖が切断されて永久粘度低下が大きく、トラクションオイル用粘度指数向上剤として不適當で好ましくない。好ましい範囲は 9,000～38,000 であり、より好ましい範囲は 9,000～35,000 であり、特に好ましい範囲は 10,000～35,000 である。

①における環構造を有するモノマーとして、スチレン、p-メチルスチレン、 $\alpha$ -メチルスチレン、ビニルナフタレン、インデン等の芳香族系モノマー；ビニルシクロヘキサン、ビニルシクロヘキセン、シクロヘ

キセン、ジペンテン、リモネン等の脂環系モノマー；ビシクロ〔2. 2. 1〕ヘプテン、メチルビシクロ〔2. 2. 1〕ヘプテン、ジメチルビシクロ〔2. 2. 1〕ヘプテン、ジシクロペンタジエン、ジヒドロジシクロペンタジエン、テトラシクロ〔6. 2. 1. 1<sup>3,6</sup>0<sup>2,7</sup>〕ドデセン等の有橋環系モノマーが挙げられる。

①の炭化水素ポリマーは、上記の環構造を有するモノマーの重合体、又は、上記の環構造を有するモノマーと、エチレン、プロピレン、ブテン、ブタジエン、ペンテン、ヘキセン、ヘプテン、オクテン、ノネン、デセン等の脂肪族系モノマーとの共重合体で、上記の環構造を有するモノマーを10モル%以上含有する。10モル%未満であると、トラクション係数が低くなり好ましくない。好ましくは20モル%以上であり、より好ましくは40モル%以上である。

②の炭化水素ポリマーは主鎖に第4級炭素を25%以上含有する炭化水素ポリマーであり、例えば、ポリイソブチレン、イソブチレン／エチレン共重合体、イソブチレン／プロピレン共重合体、イソブチレン／ブテン共重合体等で、イソブチレンの共重合体の場合イソブチレンを50モル%以上含有するものである。主鎖の第4級炭素が25%未満であると、トラクション係数が低くなり好ましくない。好ましくは30%以上であり、より好ましくは40%以上である。

③の炭化水素ポリマーは①②の炭化水素ポリマーの水素化物である。オレフィン性二重結合が残存していると酸化安定性が悪くなるので、オレフィンを完全に水素化することが望ましい。なお、芳香族環を有するポリマーの場合、芳香族環を全部水素化してもよいし、一部水素化しただけでもよい。その芳香族環の水素化の度合いは、基油への溶解性に合わせ、必要に応じて調整すればよい。

(B) 成分 (粘度指数向上剤) の (A) 成分 (基油) への混合割合は一概に決められないが、基油の粘度 (低温粘度、高温粘度) により決まる。好ましくは、組成物基準で、0.1 ~ 20 質量% である。0.1 質量% 未満であると、粘度指数向上効果が見られない場合があり、20 質量% を超えると、低温粘度が高くなり過ぎる上に永久粘度の低下も大きくなる場合がある。より好ましくは0.5 ~ 5 質量% である。

本発明のトラクションドライブ用流体は、必要に応じてその他の粘度指数向上剤、酸化防止剤、防錆剤、清浄分散剤、流動点降下剤、極圧剤、耐摩耗剤、油性向上剤、消泡剤、腐食防止剤などの各種添加剤を適量配合して用いることができる。

### 実施例

次に、本発明を実施例により具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例になんら制限されるものではない。

#### 参考例 1

2 リットルのステンレス製オートクレーブに、クロトンアルデヒド 561 g (8 モル) 及びジシクロペンタジエン 352 g (2.67 モル) を仕込み、170℃ で3時間攪拌して反応させた。反応溶液を室温まで冷却した後、ラネーニッケル触媒 (川研ファインケミカル社製、M-300T) 18 g を加え、水素圧 0.9 MPa · G、反応温度 150℃ で4時間水素化を行った。冷却後、触媒を濾別した後、濾液を減圧蒸留し、105℃ / 2.66 kPa 留分 565 g を得た。この留分をマススペクトル、核磁気共鳴スペクトルで分析した結果、この留分は2-ヒドロキシメチル-3-メチルピシクロ [2.2.1] ヘプタンであることが確認された。

次いで、外径 20 mm、長さ 500 mm の石英ガラス製流通式常圧反応管に、 $\gamma$ -アルミナ（日揮化学社製、N 6 1 2）20 g を入れ、反応温度 285 °C、重量空間速度（WHSV） $1.1 \text{ hr}^{-1}$  で脱水反応を行い、2-メチレン-3-メチルビスクロ〔2. 2. 1〕ヘプタン及び2, 3-ジメチルビスクロ〔2. 2. 1〕ヘプト-2-エンを含有する2-ヒドロキシメチル-3-メチルビスクロ〔2. 2. 1〕ヘプタンの脱水反応生成物 490 g を得た。

1 リットルの四つ口フラスコに、三フッ化ホウ素ジエチルエーテル錯体 10 g、及び上記で得られたオレフィン化合物 490 g を入れ、10 °C で攪拌しながら、5 時間二量化反応を行った。この反応混合物を希苛性ソーダ水溶液と飽和食塩水で洗浄した後、1 リットルオートクレーブに水素化用ニッケル／ケイソウ土触媒（日揮化学社製、N-113）15 g を加え、水素化を行った（水素圧 3 MPa・G、反応温度 250 °C、反応時間 5 時間）。反応終了後、濾過により触媒を除去し、濾液を減圧で蒸留することにより、目的とする二量体の水素化物（以下流体 A という。）340 g を得た。この流体 A の性状、超音波せん断安定性試験（JPI-5S-29-88）結果及びトラクション係数を測定した結果を第 1 表に示す。

#### 参考例 2

還流冷却器、攪拌装置及び温度計を備えた 500 ミリリットルの四つ口フラスコに活性白土（水澤化学工業社製、ガレオンアース NS）4 g、ジエチレングリコールモノエチルエーテル 10 g 及び  $\alpha$ -メチルスチレン 200 g を入れ、反応温度 105 °C に加熱し、4 時間攪拌した。反応終了後、生成液をガスクロマトグラフィーで分析して、転化率 70 %、目的物  $\alpha$ -メチルスチレン線状二量体の選択率 95 %、副生成物  $\alpha$ -メ

チルスチレン環状二量体の選択率 1 %、三量体等の高沸点物の選択率 4 %であることがわかった。この反応混合物を参考例 1 と同様に水素化、減圧蒸留を行うことにより、99 %純度の $\alpha$ -メチルスチレン線状二量体水素化物、すなわち 2, 4-ジシクロヘキシル-2-メチルペンタン（以下、流体 B という。）125 g を得た。この流体 B の性状、超音波せん断安定性試験（J P I - 5 S - 2 9 - 8 8）結果及びトラクション係数を測定した結果を第 1 表に示す。

#### 実施例 1

1 リットルオートクレーブに、水素化用ニッケル/ケイソウ土触媒（日揮化学社製、N-113）15 g、ポリスチレン（ $M_w = 16$  万）20 g、シクロヘキサン 500 ミリリットルを入れ、水素圧 6 MPa · G、反応温度 250 °C で 3 時間水素化を行った。冷却後、濾別により触媒を除去し、濾液を蒸発乾固した後、減圧乾燥することにより水素化ポリスチレン（以下、ポリマー a という。）19 g を得た。GPC で測定した結果、ポリマー a のポリスチレン換算重量平均分子量は 1.4 万であった。このポリマー a 1.5 質量%を、参考例 1 の流体 A に混合した。この流体組成物の性状、超音波せん断安定性試験（J P I - 5 S - 2 9 - 8 8）結果及びトラクション係数を測定した結果を第 1 表に示す。

#### 実施例 2

実施例 1 において、ポリスチレン（ $M_w = 16$  万）20 g の代わりに、エチレン/スチレン共重合体（スチレン 63 モル%、 $M_w = 16$  万）20 g を使用して 30 分間水素化を行ったこと以外は同様に操作して、エチレン/スチレン共重合体水素化物（以下、ポリマー b という。）19 g を得た。GPC で測定した結果、ポリマー b のポリスチレン換算重量平均分子量は 1.8 万であった。このポリマー b 1.5 質量%を、参考

例 1 の流体 A に混合した。この流体組成物の性状、超音波せん断安定性試験（J P I - 5 S - 2 9 - 8 8）結果及びトラクション係数を測定した結果を第 1 表に示す。

### 実施例 3

実施例 1 において、ポリスチレン ( $M_w = 16$  万) 20 g の代わりに、エチレン/スチレン共重合体（スチレン 50 モル%、 $M_w = 20$  万）20 g を使用して 40 分間水素化を行ったこと以外は同様に操作して、エチレン/スチレン共重合体水素化物（以下、ポリマー c という。）19 g を得た。GPC で測定した結果、ポリマー c のポリスチレン換算重量平均分子量は 0.9 万であった。このポリマー c 1.5 質量% を、参考例 1 の流体 A に混合した。この流体組成物の性状、超音波せん断安定性試験（J P I - 5 S - 2 9 - 8 8）結果及びトラクション係数を測定した結果を第 1 表に示す。

### 比較例 1

実施例 3 において、250℃で 40 分間水素化を行った代わりに、200℃で 4 時間水素化を行ったこと以外は同様に操作して、エチレン/スチレン共重合体水素化物（以下、ポリマー d という。）19 g を得た。GPC で測定した結果、ポリマー d のポリスチレン換算重量平均分子量は 12 万であった。このポリマー d 1.5 質量% を、参考例 1 の流体 A に混合した。この流体組成物の性状、超音波せん断安定性試験（J P I - 5 S - 2 9 - 8 8）結果及びトラクション係数を測定した結果を第 1 表に示す。

### 比較例 2

実施例 3 において、250℃で 40 分間水素化を行った代わりに、250℃で 4 時間水素化を行ったこと以外は同様に操作して、エチレン/

スチレン共重合体水素化物（以下、ポリマー e という。）19 g を得た。  
GPC で測定した結果、ポリマー e のポリスチレン換算重量平均分子量は 0.5 万であった。このポリマー e 1.5 質量%を、参考例 1 の流体 A に混合した。この流体組成物の性状、超音波せん断安定性試験（J P I - 5 S - 2 9 - 8 8）結果及びトラクション係数を測定した結果を第 1 表に示す。

#### 比較例 3

市販のエチレン／プロピレン共重合体（三井化学社製、ルーカント H C - 3 0 0 0 X、ポリスチレン換算重量平均分子量は 1.8 万）1.5 質量%を、参考例 1 の流体 A に混合した。この流体組成物の性状、超音波せん断安定性試験（J P I - 5 S - 2 9 - 8 8）結果及びトラクション係数を測定した結果を第 1 表に示す。

#### 実施例 4

参考例 2 で得られた流体 B に、実施例 2 で得られたポリマー b を 1.5 質量%混合した。この流体組成物の性状、超音波せん断安定性試験（J P I - 5 S - 2 9 - 8 8）結果及びトラクション係数を測定した結果を第 1 表に示す。

#### 実施例 5

1 リットルオートクレーブに、水素化用ニッケル／ケイソウ土触媒（日揮化学社製、N - 1 1 3）15 g、ポリイソブチレン（B A S F 社製、O P P A N O L ・ B 1 0、ポリスチレン換算重量平均分子量は 4.7 万）20 g、シクロヘキサン 500 ミリリットルを入れ、水素圧 5 M P a ・ G、反応温度 280 °C で 8 時間水素化を行った。冷却後、濾別により触媒を除去し、濾液を蒸発乾固した後、減圧乾燥することにより水素化ポリイソブチレン（以下、ポリマー f という。）19 g を得た。G



PCで測定した結果、ポリマーfのポリスチレン換算重量平均分子量は3.2万であった。このポリマーf 1.5質量%を、参考例2の流体Bに混合した。この流体組成物の性状、超音波せん断安定性試験（JPI-5S-29-88）結果及びトラクション係数を測定した結果を第1表に示す。

#### 比較例4

ポリイソブチレン（BASF社製、OPPANOL・B10、ポリスチレン換算重量平均分子量は4.7万）1.5質量%を、参考例2の流体Bに混合した。この流体組成物の性状、超音波せん断安定性試験（JPI-5S-29-88）結果及びトラクション係数を測定した結果を第1表に示す。

#### 実施例6

重合して製造したエチレン/ $\alpha$ -メチルスチレンコポリマー（ $\alpha$ -メチルスチレン50モル%、ポリスチレン換算重量平均分子量は1.3万）1.5質量%を、参考例2の流体Bに混合した。この流体組成物の性状、超音波せん断安定性試験（JPI-5S-29-88）結果及びトラクション係数を測定した結果を第1表に示す。

#### 実施例7

重合して製造したエチレン/ノルボルネンコポリマー（ノルボルネン40モル%、ポリスチレン換算重量平均分子量は2.3万）1.5質量%を、参考例2の流体Aに混合した。この流体組成物の性状、超音波せん断安定性試験（JPI-5S-29-88）結果及びトラクション係数を測定した結果を第1表に示す。

#### 実施例8

重合して製造したエチレン/ジシクロペンタジエンコポリマー（ジシ

クロペンタジエン 50 モル%、ポリスチレン換算重量平均分子量は 3.8 万) 1.5 質量%を、参考例 2 の流体 A に混合した。この流体組成物の性状、超音波せん断安定性試験 (J P I - 5 S - 2 9 - 8 8) 結果及びトラクション係数を測定した結果を第 1 表に示す。

なお、上記の実施例及び比較例におけるトラクション係数の測定は、二円筒摩擦試験機にて行った。すなわち、接している同じサイズの円筒 (直径 52 mm、厚さ 6 mm で被駆動側は曲率半径 10 mm のタイコ型、駆動側はクラウニングなしのフラット型) の一方を一定速度で、他方の回転速度を連続的に変化させ、両円筒の接触部分に錘により 98.0 N の荷重を与えて、両円筒間に発生する接線力、即ちトラクション力を測定し、トラクション係数を求めた。この円筒は軸受鋼 S U J - 2 鏡面仕上げでできており、平均周速 6.8 m / s、最大ヘルツ接触圧は 1.23 G P a であった。また、流体温度 (油温) 140 °C でのトラクション係数を測定するにあたっては、油タンクをヒーターで加熱することにより、油温を 40 °C から 140 °C まで昇温させ、すべり率 5 % におけるトラクション係数を求めた。

第 1 表 - 1

	参考例 1	参考例 2	実施例 1	実施例 2	実施例 3	比較例 1
動粘度@40°C mm <sup>2</sup> /s	17.32	20.23	22.01	24.05	21.27	42.72
動粘度@100°C mm <sup>2</sup> /s	3.578	3.572	4.307	4.649	4.162	7.971
粘度指数	77	13	101	110	94	161
せん断安定性 試験後の粘度 低下%	-0.1	-0.1	-0.6	-0.9	-0.5	-31.5
トラクション係数 @140°C	0.077	0.070	0.077	0.077	0.077	0.077

第 1 表 - 2

	比較例 2	比較例 3	実施例 4	実施例 5	比較例 4	実施例 6	実施例 7	実施例 8
動粘度@40°C mm <sup>2</sup> /s	20.68	23.18	26.41	28.31	32.48	24.87	25.06	26.12
動粘度@100°C mm <sup>2</sup> /s	4.033	4.620	4.530	4.840	5.339	4.275	4.737	4.891
粘度指数	85	116	72	87	95	56	108	110
せん断安定性 試験後の粘度 低下%	-0.2	-0.7	-0.9	-0.9	-7.3	-2.8	-1.1	-2.3
トラクション係数 @140°C	0.077	0.074	0.071	0.070	0.070	0.070	0.077	0.077

第 1 表から、実施例は比較例と比較して、トラクション係数は低下せずに、粘度指数が改良され、かつ、せん断安定性にも優れていることがわかる。

また、本発明は単に動粘度が高くなった効果により粘度指数が高くなっただけでなく、下記の三点を最適化している。

(1) 粘度を高くしても、添加するポリマーにより粘度指数向上能が異なる。

(2) 少量添加しても通常の粘度指数向上剤ポリマーではトラクション係数が大きく下がる。

(3) ポリマーの分子量が大きいと粘度指数向上能が大きい、せん断安定性に劣る。

#### 産業上の利用可能性

本発明のトラクションドライブ用流体組成物は、トラクション係数は低下せずに、粘度指数が改良され、かつ、せん断安定性にも優れて、全世界でトラクションドライブ式CVT油として実用的に利用することができる。

## 請求の範囲

1. (A) 分子中に第4級炭素及び／又は脂環構造を有するトラクションドライブ用基油に、(B) 重量平均分子量が8,000～40,000の範囲にある、下記の①～③のうち少なくとも一種のポリマーを混合してなるトラクションドライブ用流体組成物。

①、構成成分として環構造を有するモノマーを10モル%以上含有する炭化水素ポリマー

②、主鎖に第4級炭素を25%以上含有する炭化水素ポリマー

③、①②の炭化水素ポリマーの水素化物

2. (B) 成分のポリマーの重量平均分子量が9,000～38,000の範囲にある請求項1記載のトラクションドライブ用流体組成物。

3. (A) 成分の基油が、140℃におけるトラクション係数が0.070以上、40℃における動粘度が10～25 mm<sup>2</sup>/s、粘度指数が60以上、流動点が-40℃以下及び引火点が100℃以上である請求項1又は2に記載のトラクションドライブ用流体組成物。

4. (A) 成分の基油に、(B) 成分のポリマーを、組成物基準で0.1～20質量%混合してなる請求項1記載のトラクションドライブ用流体組成物。

5. (A) 成分の基油に、(B) 成分のポリマーを、組成物基準で0.5～5質量%混合してなる請求項1記載のトラクションドライブ用流

体組成物。

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP03/11897

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl<sup>7</sup> C10M169/04/(C10M169/04, 105:04, 143:00), C10N20:00,  
20:02, 20:04, 30:02, 40:04

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl<sup>7</sup> C10M169/04, 101/02, 105/04, 143/00-143/18,  
C10N20:00-20:04, 30:02, 40:04

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2003
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2003	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2003

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	EP 208541 A2 (NIPPON OIL CO., LTD.), 14 January, 1987 (14.01.87), & DE 3682715 T2 & JP 62-10193 A & JP 62-10194 A	1-5
X	EP 949319 A2 (NIPPON MITSUBISHI OIL CORP.), 13 October, 1999 (13.10.99), & JP 11-293265 A & JP 11-349968 A & JP 11-349969 A & JP 11-349971 A & JP 11-349972 A & US 6242393 B1	1-5
X	EP 989177 A1 (NIPPON MITSUBISHI OIL CORP. et al.), 29 March, 2000 (29.03.00), & JP 2000-96072 A & US 6191330 B1	1-5

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"I" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search  
17 December, 2003 (17.12.03)

Date of mailing of the international search report  
13 January, 2004 (13.01.04)

Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP03/11897

## C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 00/63323 A1 (NIPPON MITSUBISHI OIL CORP.), 26 October, 2000 (26.10.00), & EP 1118654 A1 & JP 2000-303085 A & JP 2001-40381 A & JP 2001-55591 A & US 2001/0010293 A1	1-5
X	WO 95/06701 A1 (ESSO SOCIETE ANONYME FRANCAISE), 09 March, 1995 (09.03.95), & DE 69409653 T2 & EP 716678 A1 & ES 2115973 T3 & FR 2709495 A1 & JP 9-506374 A & US 5736490 A	1-5
X	EP 326975 A1 (UK MINERALÖLWERKE WENZEL & WEIDMANN GMBH.), 09 August, 1989 (09.08.89), & DE 58900194 T2 & ES 2010973 A1 & JP 2-196895 A & US 4950414 A	1-5
X	WO 88/10293 A1 (Toa Nenryo Kogyo Kabushiki Kaisha), 29 December, 1988 (29.12.88), & CA 1280403 C & DE 3787029 T2 & EP 344307 A1 & JP 62-153395 A	1-5
X	WO 89/01021 A1 (Toa Nenryo Kogyo Kabushiki Kaisha), 09 February, 1989 (09.02.89), & CA 1289550 C & DE 3784732 T2 & EP 328642 A1 & JP 62-177099 A & US 5259978 A	1-5
X	JP 61-188495 A (Toa Nenryo Kogyo Kabushiki Kaisha), 22 August, 1986 (22.08.86), (Family: none)	1-5
X	JP 61-19698 A (Nippon Steel Chemical Co., Ltd.), 28 January, 1986 (28.01.86), (Family: none)	1-5



## A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl.<sup>7</sup> C10M 169/04  
 //(C10M 169/04, 105:04, 143:00)  
 C10N 20:00, 20:02, 20:04, 30:02, 40:04

## B. 調査を行った分野

## 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl.<sup>7</sup> C10M 169/04, 101/02, 105/04, 143/00-143/18  
 C10N 20:00-20:04, 30:02, 40:04

## 最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1922-1996年  
 日本国公開実用新案公報 1971-2003年  
 日本国登録実用新案公報 1994-2003年  
 日本国実用新案登録公報 1996-2003年

## 国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X	EP 208541 A2 (NIPPON OIL CO. LTD.), 1987. 01. 14 &DE 3682715 T2 &JP 62-10193 A &JP 62-10194 A	1-5

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの  
 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの  
 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)  
 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献  
 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

## の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの  
 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの  
 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの  
 「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

17. 12. 03

国際調査報告の発送日

13.01.04

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)  
 郵便番号100-8915  
 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

山本 昌広

4V

9280

電話番号 03-3581-1101 内線 3483

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X	EP 949319 A2 (NIPPON MITSUBISHI OIL CORPORATION) , 1999. 10. 13 &JP 11-293265 A &JP 11-349968 A &JP 11-349969 A &JP 11-349971 A &JP 11-349972 A &US 6242393 B1	1-5
X	EP 989177 A1 (NIPPON MITSUBISHI OIL CORPORATION et al.) , 2000. 03. 29 &JP 2000-96072 A &US 6191330 B1	1-5
X	WO 00/63323 A1 (日石三菱株式会社) , 2000. 10. 26 &EP 1118654 A1 &JP 2000-303085 A &JP 2001-40381 A &JP 2001-55591 A &US 2001/0010293 A1	1-5
X	WO 95/06701 A1 (ESSO SOCIETE ANONYME FRANCAISE) , 1995. 03. 09 &DE 69409653 T2 &EP 716678 A1 &ES 2115973 T3 &FR 2709495 A1 &JP 9-506374 A &US 5736490 A	1-5

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X	EP 326975 A1 (UK MINERALÖLWERKE WENZEL & WEIDMANN GMBH.) , 1989. 08. 09 &DE 58900194 T2 &ES 2010973 A1 &JP 2-196895 A &US 4950414 A	1-5
X	WO 88/10293 A1 (東亜燃料工業株式会社) , 1988. 12. 29 &CA 1280403 C &DE 3787029 T2 &EP 344307 A1 &JP 62-153395 A	1-5
X	WO 89/01021 A1 (東亜燃料工業株式会社) , 1989. 02. 09 &CA 1289550 C &DE 3784732 T2 &EP 328642 A1 &JP 62-177099 A &US 5259978 A	1-5
X	JP 61-188495 A (東亜燃料工業株式会社) , 1986. 08. 22 (ファミリーなし)	1-5
X	JP 61-19698 A (新日鐵化学株式会社) , 1986. 01. 28 (ファミリーなし)	1-5